

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日

2003年4月17日 (17.04.2003)

PCT

(10) 国際公開番号

WO 03/031659 A1

(51) 国際特許分類7:

C21B 13/10

会社 君津製鐵所内 Chiba (JP). 安部 洋一 (ABE, Yoichi) [JP/JP]; 〒293-8511 千葉県 富津市 新富 20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP). 高橋 茂樹 (TAKAHASHI, Shigeki) [JP/JP]; 〒293-8511 千葉県 富津市 新富 20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP). 永井 和範 (NAGAI, Kazunori) [JP/JP]; 〒293-8511 千葉県 富津市 新富 20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP).

(21) 国際出願番号:

PCT/JP02/03273

(22) 国際出願日:

2002年4月1日 (01.04.2002)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(74) 代理人: 石田 敬, 外 (ISHIDA, Takashi et al.); 〒105-8423 東京都港区虎ノ門三丁目 5 番 1 号 虎ノ門 37 森ビル 齋和特許法律事務所 Tokyo (JP).

(30) 優先権データ:

特願2001-296084 2001年9月27日 (27.09.2001) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 新日本製鐵株式会社 (NIPPON STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒100-8071 東京都 千代田区大手町 二丁目 6 番 3 号 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): AU, CA, CN, KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

(72) 発明者; および

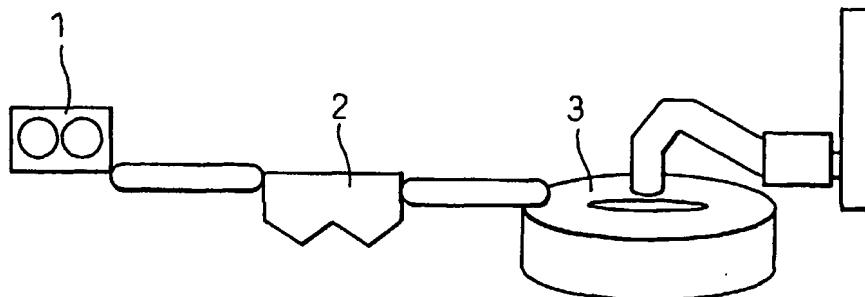
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 茨城 哲治 (IBARAKI, Tetsuharu) [JP/JP]; 〒299-1193 千葉県 君津市 君津 1 番地 新日本製鐵株式会社 君津製鐵所内 Chiba (JP). 山本 充 (YAMAMOTO, Takashi) [JP/JP]; 〒299-1193 千葉県 君津市 君津 1 番地 新日本製鐵株式

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイドスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR DRYING MOLDING CONTAINING OXIDIZED METAL, METHOD FOR REDUCING OXIDIZED METAL AND ROTARY HEARTH TYPE METAL REDUCTION FURNACE

(54) 発明の名称: 酸化金属を含む成形体の乾燥方法、酸化金属の還元方法および回転炉床式の金属還元炉



A1

WO 03/031659

(57) Abstract: A method for drying a molding containing moisture without causing burst or powdering, a method for reducing a dried molding efficiently in a rotary hearth type reduction furnace, and a rotary hearth type metal reduction furnace. At the time of drying a molding composed of powder containing an oxidized metal and carbon, a limit value of moisture evaporation rate causing no burst is determined from the size and porosity of the molding and a steam generation rate lower than that limit value is employed in order to prevent inner pressure rise of the molding due to steam generation. The molding is prevented from bursting or cracking by that method. At the time of drying the molding in the rotary hearth type reduction furnace, heat supply rate to the molding is controlled by that method and burst is prevented thus firing and reducing the molding continuously in the same furnace.

[続葉有]



---

(57) 要約:

本発明は、水分を含む成形体を爆裂や粉化を起こさないように、乾燥方法、および乾燥後の成形体を回転炉床式の還元炉にて、効率良く還元する方法、および回転炉床式の金属還元炉を提供するものであり、酸化金属と炭素を含む粉体で構成される成形体を乾燥するに際して、成形体の大きさと気孔率から爆裂しない水分蒸発速度の限界値を求めて、この限界値よりも小さい水蒸気発生速度として、水蒸気発生による成形体内部圧力の上昇を防止する。この方法で、成形体の爆裂や亀裂発生を防止する。また、回転炉床式の還元炉内部で成形体を乾燥する際に、上記の方法で、成形体への熱供給速度を制御して、爆裂を防止することにより、引き続き当該成形体を同一炉内で焼成還元する。

## 明細書

## 酸化金属を含む成形体の乾燥方法、酸化金属の還元方法および回転炉床式の金属還元炉

## 技術分野

本発明は、例えば、金属の精錬業および加工業において発生するダスト、スラッジなどに含まれる酸化金属と炭素を含む粉体を成形した成形体の乾燥方法および、乾燥した成形体を回転式炉床を有する還元炉において還元する方法、あるいは成形体を回転式炉床を有する還元炉を用いて乾燥し、引き続いて金属を還元する方法、およびさらには、回転炉床式の金属還元炉に関するものである。

## 背景技術

還元鉄や合金鉄を製造するプロセスとしては各種のものがあるが、この内で、生産性の高いプロセスとして、回転炉床法が実施されている。回転炉床法は、固定した耐火物の天井および側壁の下で、中央部を欠いた円盤状の耐火物の炉床がレールの上を一定速度で回転する型式の焼成炉（以下、回転炉と称す）を主体とするプロセスであり、酸化金属の還元に用いられる。回転炉の炉床直径は10～50メートルかつ、幅は2～6メートルである。

原料の酸化金属を含む粉体は、炭素系の還元剤と混合された後、原料ペレットにされて、回転炉に供給される。原料ペレットはこの炉床上に敷きつめられており、原料ペレットが炉床上に静置されていることから、原料ペレットが炉内で崩壊しにくいといった利点があり、耐火物上に粉化した原料が付着する問題が無く、また、塊の製品歩留が高いと言った長所がある。また、生産性が高く、安価な

石炭系の還元剤や粉原料を使用できると言った理由から、近年、実施される例が増加している。

さらに、回転炉床法は、高炉、転炉、電気炉から発生する製鉄ダストや圧延工程でのシックナースラジの還元と不純物除去の処理にも有効であり、ダスト処理プロセスとしても使用され、資源リサイクルに有効なプロセスである。

回転炉床法の操業の概略は以下の通りである。

まず、原料である鉱石やダスト、スラジの金属酸化物に、この酸化物の還元に必要な量の炭素系還元剤をよく混合した後、パンペレタイザー等の造粒機にて、水分が約10%となるように、水をかけながら、数～十数mmのペレットを製造する。原料の鉱石や還元剤の粒径が大きい場合は、ボールミル等の粉碎機で粉碎した後に、混練して、造粒する。

このペレットを回転炉床上に供給して、層状に敷き込む。炉床上に敷込まれたペレットは急速に加熱され、5～20分間、1300°C前後の高温で焼成される。この際に、ペレットに混合されている還元剤により酸化金属が還元され、金属が生成する。還元後の金属化率は還元される金属により異なるが、鉄、ニッケル、マンガンでは、95%以上、還元しづらいクロムでも50%以上となる。また、製鉄業から発生するダストを処理する場合は、還元反応に伴い、亜鉛、鉛、アルカリ金属、塩素、等の不純物が揮発除去されることから、高炉や電気炉にリサイクルすることが容易となる。

このように、回転炉床を用いる金属の還元方法および製鉄ダストの還元処理方法においては、原料と還元剤をペレットに成形することが必須の条件で、原料の事前処理として、原料の酸化金属の粉体と還元剤の混合物を造粒性の良い状態にすることが重要であり、原料の事前粉碎やボールミルでの混練等の種々の方法が行われている

。

前述のように、従来の回転炉床法による酸化金属の還元は、生産性や製造費用の面で優れており、経済的に金属を製造する方法である。しかし、原料と還元剤をペレットにすることが重要であり、造粒性能の高い原料を選択するか、高価な粉碎機を設置して、原料を粉碎することにより造粒性を向上させることが必要であり、このための費用が多くかかる問題があった。

つまり、原料として鉄鉱石等の鉱石を使用する場合は、一般には、原料鉱石の粒径が大きいため、平均粒径が数十ミクロン以下になるように粉碎した後、造粒して、ペレットを製造していた。その結果、粉碎工程の設備が高価であり、また、粉碎機の運転のための電力がかかることや粉碎機器の磨耗に伴う整備費用がかかると言った欠点があった。

また、粉碎の費用を節約するために、微粉の原料を使用することがあるが、原料の選択が限られ、汎用的な方法ではなかった。そこで、湿式選鉱後の微粉鉱石を使用したり、高炉や転炉のシックナーダスト、圧延工程でのスケールピットのスラジや酸洗工程での沈殿スラジ等を使用することが有効である。しかし、この場合でも、原料の含有水分が多すぎて造粒しづらいといった問題があった。すなわち、これらの原料は粒径が1～数十ミクロンの微粉であり、その結果、水分を含んだ状態では、これらは汚泥状となりやすく、また真空脱水機やフィルタープレスで脱水した後でも、水分が30～50%あり、そのままでは水分が多すぎて、造粒できなかった。

この問題の解決のためには、熱風等の熱源で粉原料を完全に乾燥した後に、造粒する方法がある。しかし、乾燥過程で粉原料が疑似凝集してしまい、そのままでは造粒することはできない。このため、これを粉碎して、再度、微粒の状態にした後に、他の原料とともに

に、加水して、造粒した後に、回転炉床で還元されていた。

その結果、上記の方法で利用された場合は、良好な成形体を製造することができ、成形体の乾燥が効率的に行えれば、安定した酸化金属の還元が行える。しかし、従来技術では、成形体の物理状態を考慮してこれを乾燥する方法が十分に確立されておらず、ただ単に成形体を乾燥すれば良いとの考えしかなかった。その結果、乾燥時に成形体に亀裂が入ったり、表面から粉が多量に発生する問題があった。更に、乾燥条件が悪い場合は、成形体が爆裂を起こすものもあった。したがって、長い間、この問題を解決することが望まれていた。また、事前に成形体を乾燥する方法は有効な手段であるものの、多量の熱源を用いて乾燥した後に、水分の蒸発に、専用の熱源と装置が必要であり、経済性にはやや劣る還元方法である問題は残る。

特に、製鉄業等の金属の精錬業や加工業で発生するダストやスラジを、湿式集塵機または沈殿槽から集めた場合には、これらの発生物は、最大90%と、多くの水分を含有しており、これらの発生物を回転炉床法で還元処理しようとする場合には、乾燥工程と乾燥後の粉碎処理が問題であった。

これらの問題を解決するために、例えば、特開平11-12619号公報には、原料を造粒せずに回転炉床法で使用する方法として、原料を圧縮成型機でタイル状にして、これを回転炉床法で使用する発明が開示されている。しかし、この方法でも、やはり、水分を大量に含有した状態の原料を使用することには問題があった。つまり、特開平11-12624号公報に示されるように、原料の水分を6～18%に調整する必要があり、このためには、事前の脱水処理に加え、乾燥処理が必要であり、このための複雑な水分制御が必要であるという問題があった。また、この原料装入のためには、特開平11-12621号公報

に示されるような、複雑な装入装置が必要であり、この設備の整備費用が高い等の問題も生じていた。

さらに、このような形状の水分を含む原料を高温の回転炉に直接装入した場合には、水分含有率が高いために、水分の蒸発に伴う爆裂現象が発生して、原料が粉化して、排気ガス中に失われ、製品歩留が極端に悪くなるといった問題が生じていた。通常、回転炉床法での炉内温度は、原料供給部の近傍が最も低く、それでも1150～1200°Cである。このような高温であれば、湿潤状態の成形体は、過激な水分蒸発に伴う爆裂の問題が生ずる。たとえ、爆裂が生じない場合でも、水蒸気の噴出による角の部分や表面の剥離が生じる。したがって、還元操業は可能であるが、塊状の還元物の比率が少なく、成形体からの粉の発生率が高くなるという問題があった。その結果、排気ガス中に粉の金属分がロスする比率が比較的高くなり、歩留の低下の問題が残った。

本発明は、従来法では実現できなかった、水分を含んだ粉状態の原料の成形体を爆裂や亀裂発生のない、かつ、効率良く乾燥する方法、および、水分を含んだ粉状態の成形体を回転炉に直接供給して還元しても、成形体の爆裂等の発生なく高歩留で還元することが可能な還元方法および回転炉床式の金属還元炉を提供することを目的とする。

## 発明の開示

本発明は、上記の問題点に鑑みてなされたもので、その要旨とするところは、以下のとおりである。

(1) 酸化金属と炭素の粉体とを含み、かつ、気孔率のパーセンテージ値の0.2倍以上の質量パーセンテージ値の水分を含む成形体を乾燥するに際して、当該成形体が含有する水の蒸発速度を下記に

示す値  $V$  以下とすることを特徴とする成形体の乾燥方法。

$$\text{但し、 } V = 300 P^2 / D$$

なお、  $V$  : 水の限界蒸発速度（成形体ドライ質量 1 キログラム当たりの水の蒸発速度（ $g / kg \cdot s$ ））、  $D$  : 成形体の体積の  $1 / 3$  乗の値（mm）、  $P$  : 気孔率（-）である。

(2) 酸化金属と炭素の粉体とを含み、かつ、気孔率のパーセンテージ値の 0.2 倍以上の質量パーセンテージ値の水分を含む成形体を乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を下記に示す値  $H_{in}$  以下とすることを特徴とする成形体の乾燥方法。

$$\text{但し、 } H_{in} = 820 P^2 / D$$

なお、  $H_{in}$  : 限界熱供給速度（成形体ドライ質量 1 キログラム当たりの熱供給速度（ $kw / kg$ ））、  $D$  : 成形体の体積の  $1 / 3$  乗の値（mm）、  $P$  : 気孔率（-）である。

(3) 体積の  $1 / 3$  乗の値が 5 ~ 21mm であり、かつ、気孔率が 22 ~ 32% である成形体を、水分が 4.4 質量 % 以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体の水分蒸発速度を、成形体ドライ質量 1 キログラム当たり毎秒 0.7 グラム以下とすることを特徴とする（1）に記載の成形体の乾燥方法。

(4) 体積の  $1 / 3$  乗の値が 5 ~ 21mm であり、かつ、気孔率が 22 ~ 32% である成形体を、水分が 4.4 質量 % 以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を成形体のドライ質量 1 キログラム当たり 1.9 キロワット以下とすることを特徴とする（2）に記載の成形体の乾燥方法。

(5) 体積の  $1 / 3$  乗の値が 5 ~ 21mm であり、かつ、気孔率が 32 % 超 ~ 40% である成形体を、水分が 6.4 質量 % 以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体の水分蒸発速度を、成形体のドライ質量 1 キログラム当たり 1.3 グラム以下とすることを特徴とする（1）

に記載の成形体の乾燥方法。

(6) 体積の1／3乗の値が5～21mmであり、かつ、気孔率が32%超～40%である成形体を、水分が6.4質量%以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を、成形体のドライ質量1キログラム当たり3.5キロワット以下とすることを特徴とする(2)に記載の成形体の乾燥方法。

(7) 体積の1／3乗の値が5～21mmであり、かつ、気孔率が40%超～55%である成形体を、水分が8質量%以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体の水分蒸発速度を、成形体のドライ質量1キログラム当たり毎秒2.3グラム以下とすることを特徴とする(1)に記載の成形体の乾燥方法。

(8) 体積の1／3乗の値が、5～21mmであり、かつ、気孔率が40%超～55%である成形体を、水分が8質量%以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を、成形体のドライ質量1キログラム当たり6.2キロワット以下とすることを特徴とする(2)に記載の成形体の乾燥方法。

(9) 酸化金属と炭素を含む粉体に、金属の製造工程から発生する金属酸化物と炭素を単独もしくは混合して含有している粉体を用いることを特徴とする(1)～(8)に記載の成形体の乾燥方法。

(10) (1)～(8)のいずれか1項に記載の方法で乾燥した成形体を、酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床式の炉の内部で、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

(11) (9)に記載の方法で乾燥した成形体を、酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央部が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床

式の炉の内部で、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

(12) 酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床式の炉の内部において(1)～(8)のいずれか1項に記載の方法で成形体を乾燥した後、当該成形体を、引き続き当該炉内において、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

(13) 酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床式の炉の内部において(9)に記載の方法で成形体を乾燥した後、当該成形体を、引き続き当該炉内において、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

(14) 回転移動する中央が欠けた円形の炉床の上面に載せた酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元し、還元済みの成形体を排出する回転炉床式の炉であって、原料である粉体の成形体を供給する部分から回転方向に30～130度の位置までが成形体の乾燥帶であることを特徴とする回転炉床式の金属還元炉。

(15) 前記原料である成形体を供給する部分から回転方向に30～130度の位置に排ガス煙道が設置され、前記原料である成形体を供給する部分から排ガス煙道の位置までの間を、乾燥帶とすることを特徴とする(14)に記載の回転炉床式の金属還元炉。

(16) 前記原料である成形体を供給する部分から回転方向に30～130度の位置に、その下部に回転炉床との間に間隙を有する仕切り板を設置し、原料である成形体を供給する部分からこの仕切り板ま

での間を乾燥帯とすることを特徴とする (14) に記載の回転炉床式の金属還元炉。

(17) 前記還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備えたことを特徴とする (14) ~ (16) のいずれか 1 項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

(18) 前記還元済み成形体を排出する部分から乾燥帯の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備えたことを特徴とする (14) ~ (16) のいずれか 1 項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

(19) 前記乾燥帯の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする (14) ~ (16) のいずれか 1 項に記載の回転炉床式の酸化金属還元炉。

(20) 前記還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備えると共に、還元済み成形体を排出する部分から乾燥帯の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備えたことを特徴とする (14) ~ (16) のいずれか 1 項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

(21) 前記還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備えると共に、乾燥帯の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする (14) ~ (16) のいずれか 1 項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

(22) 前記還元済み成形体を排出する部分から乾燥帯の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備えると共に、乾燥帯の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする (14) ~ (16) のいずれか 1 項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

(23) 前記還元炉の還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備える

と共に、還元済み成形体を排出する部分から乾燥帶の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備え、さらに、前記乾燥帶の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする（14）～（16）のいずれか1項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

#### 図面の簡単な説明

図1は、本発明の方法を実施する、成形装置、成形体乾燥装置、および、回転炉床式還元炉からなる酸化金属の還元設備の一例を示す図である。

図2は、成形体乾燥時に、成形体が爆裂しない、又は、粉発生率が10%以下となる状況での最大水分蒸発速度（限界蒸発速度）と気孔率の2乗（ $P^2$ ）を成形体の代表径Dで割った商との関係を示す図である。なお、図中において、限界蒸発速度の単位はg／kg・s、気孔率の2乗を成形体代表径で割った商の単位は1／mmである。

図3は、本発明の、炉内で成形体を乾燥する機能を有し、かつ炉床と炉内雰囲気温度を冷却する機構を有する回転炉床式の金属還元炉の構造を示す図である。

図4は、本発明の、炉内で成形体を乾燥する機能を有する回転炉床式金属還元炉の構造を示す図である。

図5は、本発明の方法を実施する押し出し成形装置と回転炉床式還元炉から構成される金属の還元設備の一例の概要を示す図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

本発明に基づく、回転炉床式の還元炉と当該還元炉への金属酸化物原料の前処理設備を示した還元装置の全体構成の例を図1に示す。図1に示す設備構成は、成形装置で粉体から成形体を製造して、

これを回転炉床式の還元炉で還元する設備の全体を示す図である。この設備は、主として、成形装置1、成形体乾燥装置2、および、回転炉3から構成される。成形装置1はいずれのものでも良いが、後述する装置である、パン式造粒装置、プリケット成形装置、および、押し出し成形装置が一般的である。この設備構成には、更に、原料備蓄設備や製品処理設備が付帯するが、本発明の方法や装置の説明には重要でないため、記載を省略する。水分を含んだ状態の酸化金属と炭素を含む粉体を成形装置1で成形して、得られた成形体を成形体乾燥装置2で水分を除去・乾燥する。さらに、乾燥された成形体を回転炉3で焼成還元する。なお、後述する本発明の方法を用いることにより、成形体が急速乾燥に耐えられる場合や回転炉3の成形体を供給する部分近傍での成形体への熱負荷を小さくできる場合は、成形体乾燥装置2を省略する場合もある。

本発明は、酸化金属と炭素含有の粉体を原料として、水分を含んだ状態で製造した成形体すなわち、湿潤成形体、を適正に乾燥する方法であり、実際の操業においては、湿潤成形体を専用の乾燥装置で熱風などを用いて乾燥する方法やガス温度を適正に制御している回転炉内部の比較的低温の部分で乾燥する。本発明者らは、この目的を達成するために、酸化金属と炭素含有の粉体の成形体を適正に乾燥するための条件を探索した。このために、成形体内部の水蒸気の流れの理論解析と小型の熱風式乾燥装置と箱型電気炉を用いた実験を行った。

まず、実験に先立ち、成形体内の水分蒸発の際のガス流れの物理現象に対して、狭い通路を通過するガス流れの解析の観点での流体力学的な技術解析を行った。次に、実際の成形体を乾燥する実験を行い、成形体を乾燥するための処理基準を作成した。

まず、細かい気孔の中を流れる流体の流速と抵抗の関係の物理モ

モデルを基に、水蒸気が成形体内部の粒子間を流れる際の圧力を解析した。このモデル解析により、水蒸気が気孔を流れる際の単位長さ当たりの通気抵抗は、気孔の通路径に反比例すること、また、水蒸気の流速に比例することが判明した。また、成形体の観察の結果、気孔通路径は気孔率にほぼ比例する値をとることを解明した。また、成形体内部の幾何学的な条件から、通路内の水蒸気流速は成形体体積当たりの水蒸気発生速度に比例し、かつ、気孔率に逆比例する。ここで、本発明での気孔率の定義は、成形体の容積のうち空隙が占める容積の比率であり、一般的には、成形体の見掛け比重を粉体の真比重で割った値である。

以上の流体力学的な、また、成形体の幾何学的な条件を考慮した考察を基とすれば、成形体内部の気孔率が一定の場合は、下式に表わす関係が成立する。

(中央部圧力) = A (通路径)<sup>-1</sup> (通路長さ) (通路内水蒸気流速) の関係があり、ただし、ここで、通路長さは成形体の直径に比例する。また、この式は、前述した関係から、さらに、次式に変形される。つまり、

$$\begin{aligned}
 \text{(中央部圧力)} &= B \text{ (気孔率)}^{-1} \text{ (代表径)} \{ \text{ (質量当たり水蒸気} \\
 &\quad \text{発生速度)} / \text{ (気孔率)} \} \\
 &= B \text{ (質量当たり水蒸気発生速度)} \text{ (気孔率)}^{-2} \\
 &\quad \text{ (代表径)}
 \end{aligned}$$

と表現される。さらに、上式は変形されて、

$$\text{(単位質量当たり水蒸気発生速度)} = C \text{ (中央部圧力)} \text{ (気孔率)}^2$$

$$\quad / \text{ (代表径)} ,$$

の関係となる。ここで、A、B、および、Cは、成形体の物理状態や気体の物性などに影響される定数である。

水蒸気発生に伴い内部圧力が高まり、これが成形体が耐えられる

圧力値以上となると、成形体の爆裂、亀裂発生、表面の粉化などの問題が発生する。また、本発明者らは、爆裂や亀裂発生のないこと、また、表面からの粉の発生率が10%以下であることを乾燥条件の判定基準とした。なお、粉の発生率は、乾燥後の成形体を目開き5mmの篩で篩った時の5mm未満の成形体の質量の篩い前の成形体の全質量に対する比率（質量%）を示す。この結果と上式を整理して、爆裂限界における水蒸気発生速度を定量的に評価した。成形体が耐えられる限界値（限界圧力）は、成形体内部の粒子の結合強度に関わる数値であり、粒子間の物理的な接着性に伴う現象が結合強度の主な要因である。本発明者らは、特殊なバインダーを使用しない場合は、成形体内の粒子のこの結合強度はほぼ一定であることを解説した。ここで、前述した解析結果と成形体の観察結果をおりこんだ評価式を作成し、定数で評価できる項目をまとめると、中央部圧力が限界圧力に達する水蒸気発生速度（限界蒸発速度）は、（a）式で表わすことができる。

$$V = KP^2 / D \quad \dots \dots \quad (a)$$

また、水の蒸発速度と熱供給速度は比例するため、限界圧力での成形体への熱供給速度（限界熱供給速度）は、（b）式となる。

$$Hin = LP^2 / D \quad \dots \dots \quad (b)$$

なお、式（a）と式（b）の記号の意味は、Vは限界圧力での成形体のドライ質量1キログラム当たりの水蒸気蒸発速度（g/kg・s）、Hinは限界圧力での成形体のドライ質量1kg当たりの熱供給速度（kW/kg）、Pが気孔率（-）、および、Dが成形体の大きさを表す成形体体積の1/3乗の値（mm）である。なお、KとLは定数である。形状が異なる成形体を同一に評価するために、成形体体積の1/3乗を大きさの評価に用い、以降、これを代表径と称す。

このように、適正な乾燥状態の条件式（a）と（b）の定数Kと

Lを決定するために、実験用の加熱装置を用いた実験を行った。この実験には、内容積が5リットルの熱風式の乾燥装置と内容積が10リットルの電気炉を用いた。実験用原料は、回転炉床式還元炉で使用する粉体である、平均粒径が4～50マイクロメートルで、酸化鉄を63質量%、炭素を15質量%含むものであった。実験用成形体は、①. パン式造粒装置で製造した気孔率22～32%の球形の成形体、②. ブリケット造粒装置で製造した気孔率32超～40%の成形体、および、③. 押し出し式造粒装置で製造した気孔率40超～55%の円柱形の成形体であった。これらの成形方法は以下に説明するとおりである。①の成形体は、微細な粉体が回転するディスク上を転がることにより、製造されるものである。②の成形体は、一対のローラーの表面に窪み状の型があり、ローラーの回転に伴い、この型に粉体を押し込んで成形したものである。③の成形体は、貫通ノズルに湿潤粉体を押し込んで成形したものである。なお、成形体の代表径は、5～21mmである。

実験では、熱風式乾燥装置の熱風温度又は箱型電気炉の内部温度を変えることにより、成形体への熱供給速度を種々変更した。この実験結果のうち、成形体の爆裂が起きない、かつ、表面からの粉化ロスが10%以下（粉発生率が10%以下）であった結果を乾燥条件良好のものと判断してデータをまとめた。この乾燥条件が良好な乾燥処理の区分での蒸発速度の上限値を限界蒸発速度（ただし、成形体ドライ質量1キログラム当たりの1秒間の水蒸発量）と定義して、また、この時の熱供給速度を限界熱供給速度と定義して、これらの値を求めた。

この結果を図2に示す。図2には、気孔率の2乗を成形体の代表径で割った商( $P^2/D$ )と限界蒸発速度(V)の関係が示されている。この結果を重回帰分析してまとめると、(a)式のK値は300

であった。また、限界熱供給速度( $H_{in}$ ) を求める (b) 式の  $L$  の値は 820 であった。ただし、 $V$  の単位は  $g / kg \cdot s$  、  $H_{in}$  の単位は  $kW / kg$  、  $D$  の単位は  $mm$  、 および、  $P$  は無単位である。

$$\text{限界蒸発速度} \quad V = 300 P^2 / D \quad \dots \dots \quad (1)$$

$$\text{限界熱供給速度} \quad H_{in} = 820 P^2 / D \quad \dots \dots \quad (2)$$

なお、本実験では、水分比率が気孔率の値の 0.2 倍未満の場合は、発生する水蒸気量が少ないため、(1) 式および (2) 式で計算される限界値の条件を外れても、爆裂や表面の粉化が起きないことから、本発明の有効範囲は、水分比率が気孔率の値の 0.2 倍以上の場合である。

この解析結果を用いて、実際の設備で成形体を乾燥させるための適正な操業を行う。図 1 に示す装置の成形体乾燥装置 2 は熱風式であり、成形体への熱供給速度を調整する。ただし、乾燥装置 2 は、熱供給速度を調整できるものであれば、いずれの型式のものでも良い。成形装置 1 を用いて、前述の 3 方式で製造した水分を含む成形体を、成形体乾燥炉 2 に供給する。ここでは、成形体の代表径と気孔率に応じた、式 (2) で求められる限界熱供給速度以下の熱供給速度とする。熱供給速度の調整は、熱風の温度や風速等で行うことが効果的である。この時の成形体の水分の蒸発速度は、同じく成形体の代表径と気孔率から求められる、限界蒸発速度である (1) 式の  $V$  以下の水分蒸発速度とする。

実際の回転炉床法での操業では、成形体内部の伝熱特性を良くするためや成形体の形状の維持のためには、回転炉 3 で使用する成形体には適正なサイズがあり、その代表径は 5 ~ 21mm であることが望ましい。この理由は、代表径 21mm 以上と成形体が大きすぎると、内部の伝熱が遅くなり、回転炉での適正な還元時間の 7 ~ 20 分間以内に還元が完了しないこと、また、落下時に亀裂が起きることなどの

問題である。また、代表径 5 mm 以下では、成形体が小さすぎる問題があり、床面積当たりの成形体量を適正に確保するためには、成形体を 3 ~ 5 層に敷かなければならず、この場合には、中間の成形体の伝熱が悪くなり、還元反応が悪化する問題がある。

成形装置 1 で製造した成形体を成形体乾燥装置 2 で乾燥する。パン式造粒装置で製造するなどの方法で製造した、緻密で、気孔率が 22 ~ 32% である成形体の場合は、水分が 4.4 質量 % 以上の状態から、代表径が 5 ~ 21 mm の成形体を乾燥する際に、水分蒸発速度を当該成形体のドライ質量 1 キログラム当たり毎秒 0.7 グラム以下とする。この水分蒸発速度は (1) 式で示される限界蒸発速度の範囲内の良好な乾燥条件で、成形体が爆裂や粉化する問題は生じない。この乾燥方法では、また、熱供給速度を成形体のドライ質量 1 キログラム当たり 1.9 キロワット以下とする。この熱供給速度は比較的遅いものであり、したがって、成形体を比較的低温で乾燥する必要がある。熱風式の乾燥装置では、400°C 以下の乾燥温度が望ましい。

ブリケット成形装置で製造するなどの方法で製造した、気孔率が 32 超 ~ 40% である成形体の場合は、水分が 6.4 質量 % 以上の状態から乾燥する際に、代表径が 5 ~ 21 mm の成形体の水分蒸発速度を、当該成形体のドライ質量 1 キログラム当たり毎秒 1.3 グラム以下とする。この乾燥方法では、平均熱供給速度を成形体のドライ質量 1 キログラム当たり 3.5 キロジュール以下とする。この成形体の乾燥には、やや熱供給速度が高くても良いため、熱風式の乾燥装置の場合は、200 ~ 550°C の乾燥温度が望ましい。

また、押し出し成形装置などで製造した、非常に空隙の多い、気孔率が 40 超 ~ 55% である成形体の場合は、水分が 8 質量 % 以上の状態から乾燥する際に、代表径が 5 ~ 21 mm の成形体の水分蒸発速度を、当該成形体のドライ質量 1 キログラム当たり毎秒 2.3 グラム以下

とする。この乾燥方法では、平均熱供給速度を成形体のドライ質量1キログラム当たり6.3又は6.2キロワット以下とする。この成形体の乾燥には、かなり熱供給速度が高くて良いため、熱風式の乾燥装置の場合は、300～900°Cの乾燥温度が望ましい。また、乾燥時間を短縮する目的であれば、800°C前後の温度で乾燥することが最も良い。

このように乾燥装置で成形体を乾燥する場合は、この成形体を回転炉3に供給する際に、成形体供給部の温度が高温で、急速加熱による爆裂や粉化の懸念があるため、乾燥後の成形体水分を1質量%以下とすることが望ましい。

成形体を乾燥した後に、この成形体を回転炉3に供給する。成形体に水分が過剰に含まれていないことから、回転炉2での成形体の加熱速度が速い場合でも、爆裂や粉化の問題がない。例えば、成形体の表面温度が1200°Cになるまでの時間が3分間程度の高速加熱が可能となる。炉内で加熱されることにより、成形体は焼成される。その結果、成形体内部に含まれる炭素が還元剤となって、固体の酸化鉄や酸化マンガンなどを還元する。この時の最高温度は1100°C以上であれば還元が進行するが、望ましくは1200～1400°Cの温度が良く、この条件では7～15分間で還元反応が終了する。焼成還元を終了した成形体を回転炉3から排出する。その後に、図1には示していないが、還元成形体冷却装置にて、高温の成形体を冷却して、還元製品を得る。還元製品を電気炉などで高温状態で使用する場合は、冷却工程を省略することもある。

成形体乾燥装置2を省略して、回転炉3の内部で、成形体を乾燥する方法がある。この方法の設備の例は、図1の設備構成で、成形体乾燥炉2を省略した設備構成である。この機能を持つ回転炉の構造例を図3に示す。図3は回転炉3の円周方向の断面図で示したもの

のであり、乾燥帯周辺の構造を示すものである。この構造では、湿潤状態の成形体を成形体フィーダー4で、乾燥帯5にある炉床6の上に供給して、ここで成形体12を乾燥する。炉床6は連続的に右方向に回転移動していき、乾燥が終了した成形体12を還元帯7に送る。還元帯7で、この成形体12を焼成還元する。炉内で成形体12の乾燥する方法においても、成形体12を供給する部分の熱供給速度を適正に制御して、成形体12が爆裂や表面が粉化しないようにする必要がある。乾燥帯5の内部でも成形体12の水分蒸発速度を限界蒸発速度(V)以下とする必要があり、また、熱供給速度を限界熱供給速度(Hin)以下とする。

成形体12の代表径が5～21mmであり、また、気孔率が22～32%であるパン式造粒装置1で製造する成形体12の場合は、乾燥帯5で、水分が4.4質量%以上の状態からの水分蒸発速度を、成形体12のドライ質量1キログラム当たり毎秒0.7グラム以下とする。また、熱供給速度を成形体12のドライ質量1キログラム当たり1.9又は1.8キロワット以下とする。この方法では、成形体12の供給部分を比較的低温にして、成形体12を乾燥する必要がある。このような緻密な成形体を乾燥した後に還元するには、一般的には、図1に示す設備構成のように、専用の乾燥装置を用いて乾燥するが、専用の乾燥装置を省略する場合は、回転炉3の成形体12を供給する前後の部分の雰囲気温度を低下させ、ここに湿潤の成形体12を供給する。気孔率が22～32%の成形体では、この部分の温度は200～450°Cであることが良い。

回転炉3では、高温の炉床6が原料である成形体の供給部分すなわち、原料成形体供給部に連続して移動してくるため、通常、何もしなければ、雰囲気温度が800～1000°C程度となる。したがって、原料成形体供給部の温度を200～450°C程度に下げるることは技術的な

工夫が必要である。つまり、成形体12を供給する前に、炉床6を冷却することと、また、この部分に還元帯7の焼成還元で発生した排ガスを流入させないこととともに、成形体12を供給する部分の前後を強制的に冷却することなどが必要となる。図3には、還元済み成形体13を排出するスクリュー排出装置8から成形体フィーダー4の間の天井および乾燥帯5の天井の一部を水冷パネル9で施工して、炉床6の輻射熱を吸収させる機構を用いた設備の例を示している。また、還元帯7の高温の排ガスが流入しないように、排ガス出口煙道10で乾燥帯5と還元帯7を分離している。ただし、乾燥帯5の後半では、炉床6からの伝熱のみでは、成形体12への熱供給が不足するため、側壁に加熱バーナー11を設置して、これから乾燥熱源を供給することもある。

前出のブリケット成形装置で製造した成形体などの、気孔率が32超～40%の成形体は、成形体乾燥重量1キログラム当たり3.5キロワット程度の熱供給速度で、水分蒸発速度も1キログラム当たり1.3g／秒までにすれば、成形体12の爆裂や表面の粉化が起きない。この熱供給速度に相当する回転炉3の乾燥帯5の雰囲気温度は、80°C以下であることが必要である。また、成形体12の乾燥時間を5分間以上と長くしないためには、雰囲気温度は350°C以上が良い。このように、熱供給速度を下げる目的で乾燥帯5の雰囲気温度を低くするが、比較的雰囲気温度が高くても良いため、乾燥帯5の雰囲気や炉床6を強制的に冷却することが不要である場合が多い。この場合は、図3に示される設備構造のうち、水冷パネル9を装備しない構造とする。そして、乾燥帯5に焼成還元の排ガスを流入させず、かつ、乾燥帯5での加熱バーナー11で燃焼させて熱を補充する。加熱バーナー11の発生熱量は回転炉3の他の部分の円周長さ当たりのバーナー発生熱量の0.2～0.7倍とする方策を行うことが好ましい

。

押し出し式成形装置などで製造する、気孔率が40超～55%の成形体は、成形体の乾燥重量1キログラム当たり 6.2キロワットの熱供給速度で、水分蒸発速度も1キログラム当たり 2.3g／秒まで、爆裂や表面の粉化が起きない。このような比較的高熱負荷でも良い場合は、回転炉3の乾燥帯5の雰囲気や炉床6の温度を 600～1170°C とする。なお、成形体12から発生する水蒸気の影響などで、雰囲気温度が低下するため、この温度域であれば、特別な装置で冷却することは必要がなくなる。逆に、強力な加熱が必要な場合もある。

上記の条件を満たすと同時に、乾燥帯5の雰囲気温度制御を精度良く行うためには、やはり、図3に示される設備構造として、乾燥帯5に焼成還元の排ガスを流入させず、かつ、この部分での加熱バーナー11を成形体フィーダー4の近くまで設置するのが好ましい。加熱バーナー11の発生熱量は回転炉3の他の部分の円周長さ当たりのバーナー発生熱量の 0.5～2倍とする方策を行うのが好ましい。このように、気孔率の高い成形体12を回転炉3の内部で乾燥することは、比較的熱伝達速度が大きくて良いため、簡便な構造の装置で良いことから、特に、設備費と操業費用に優れている。

乾燥帯5の内部で成形体12を乾燥する時間は、60～300秒 とする。60秒以下の短時間で乾燥を終了すると、上記の成形体12の乾燥のための熱供給量が大きすぎることが多く、また、大型の成形体12では芯に水分が残留する問題も生ずる。ほとんどの場合は、300秒以内で成形体12の乾燥が完了するため、これ以上時間をかけることは、エネルギー消費が多く、設備も大きくなる。これらの理由から、乾燥時間は 60～300秒の範囲が良い。前述のように、気孔率の異なる各種の成形体12を乾燥する条件では、乾燥帯5の雰囲気温度は 200～1170°C である。この雰囲気温度は成形体12の気孔率によって変

化させる。

回転炉 3 の乾燥帯 5 の長さは、原料である粉体の成形体 12 を供給する部分から回転方向に 30~130 度の位置までとする。なぜならば、乾燥時間 60~300 秒と還元時間 8~20 分間 (480~1200 秒) であることと、乾燥帯 5 の長さが円弧の 30 度以下に相当する距離では、乾燥帯 5 の雰囲気温度を独立に制御することが困難であることなどがその理由である。

前述し、かつ、図 3 に示すように、乾燥帯 5 の雰囲気温度制御には、乾燥帯 5 と還元帯 7 の境界に排ガス出口煙道 10 を設置して、還元帯 7 で発生する高温排ガスが乾燥帯 5 に入らない構造とすることが有効な手段である。この場合、乾燥帯 5 の雰囲気温度が下がりすぎた場合は、炉壁の加熱バーナー 11 から補助燃焼を行う。また、乾燥帯 5 の雰囲気温度が高すぎる場合は、図 3 に示すような炉床 6 や雰囲気を冷却する構造を有することが必要である。炉床 6 の冷却方法としては、前述したように、スクリュー排出装置 8 と成形体フィーダー 4 の間の天井を水冷パネル 9 で構成することにより、冷却する方法がある。この場合は、還元済み成形体 13 の排出が終わって、裸状態の炉床 6 からの輻射熱を金属製の水冷パネル 9 で吸収することにより、炉床 6 の温度を低下させる。この方法では、水冷パネル 9 の表面温度は 300°C 程度となり、30~50 秒の冷却で炉床 6 の表面温度を約 900°C 以下とできる。また、成形体フィーダー 4 よりも上流の部分で炉床 6 にスプレーノズル等から散水する方法も炉床 6 の冷却に有効である。

このように、乾燥帯 5 と還元帯 7 の境界に排ガス出口煙道 10 を設置する方法では高温排ガスを乾燥帯 5 に入れないことにより、乾燥帯 5 の雰囲気温度を効率的に下げて、かつ、精度良く温度制御することができる。一方、乾燥帯 5 の雰囲気温度が 500°C 以上で良い場

合などは、図4に示すように、乾燥帯5と還元帯7の境界に下部に隙間のある仕切り板14を設置する方法もある。仕切り板14の効果により、乾燥帯5と還元帯7が各々独立したゾーンになり、個別の雰囲気温度の制御がしやすくなる。また、雰囲気温度の制御に高い精度が必要でない場合は、仕切り板14はなくとも良く、乾燥帯5の雰囲気温度制御を還元帯7から独立して行うことでも良い。

次に、乾燥装置2を省略したプロセスとして、最も経済的な方法である押し出し成形装置を用いた場合の設備構成の代表例を、図5に示す。この設備での成形体の製造、乾燥および還元の方法を説明する。まず、混合ピット15に、水分を50質量%以上の比率で含んだ状態の酸化金属粉体と炭素を主体とした還元剤を粉状にした原料を混合して入れておく。酸化金属原料は、鉄鋼石粉、マンガン鉱石粉、クロム鉱石粉等の粉鉱石や金属製造業で発生する精錬炉のダストや圧延工程のスラジなどを用いる。特に、金属製造業で発生するスラジは、元来70%程度の水を含んでいることから、本方法に最も適した原料である。

混合ピット15の中で原料の固液混合物を良く攪拌混合する。この固液混合物をスラリー輸送ポンプ16にて脱水装置17に輸送して、ここで含有水分を15～27質量%まで脱水して、原料混合物の含水凝集体を形成する。脱水装置17としては、固液混合物を循環移動する滤布の上に注ぎ、当該滤布の上下に設置した一対の圧搾ロールで絞る型式の脱水装置、フィルタープレス、遠心脱水機などを用いると良い。当該含水凝集体を押し出し式成形装置18に供給してここで、水分を含んだまま形成する。成形体12は直径が8～20mm程度、また、代表径は5～21mmが良い。回転炉3で成形体12が爆裂しにくいように、水蒸気が抜けやすい構造とする。具体的には、成形体12の気孔率を40～55%とする。

この成形体12を、水分が15～27質量%の状態で、回転炉3に供給する。回転炉3の内部では、成形体12を炉床6の上に供給した後、乾燥帯5で、加熱速度を抑制しながら乾燥させる。具体的には、600～1170°Cの温度で、60～300秒間での乾燥する。乾燥帯5での水分除去（乾燥）が終わった成形体12は、炉床6とともに炉内を移動して、高温である還元帯7に移り、成形体12の温度が1100°Cを越えた時点で盛んに還元反応を起こし、成形体12の酸化金属はほとんど金属となる。還元された還元済み成形体13は、スクリュー排出装置8で炉床6から搔き出される。この還元済み成形体13は、電炉や高炉などの金属の還元炉や精錬炉の原料として使用される。

### 実施例

本発明を用いた酸化金属と炭素の粉体の成形体の乾燥と還元の操業例を示す。まず、表1には、専用の乾燥炉2で成形体を乾燥した後に、回転炉3で焼成還元した結果である実施例1～3を示す。なお、実施例1～3の処理条件は以下のとおりである。原料の粉体は、酸化鉄が63質量%で、炭素が15質量%であり、平均粒径が11マイクロメートルであった。粉体の成形は、パン式造粒装置、ブリケット成形装置、および、押し出し成形装置の3種類により行った。この方法で製造された成形体を、乾燥炉2で乾燥する時に、水分蒸発速度をV（限界蒸発速度）以下、熱供給速度をHin（限界熱供給速度）以下とした。また、乾燥を終えた成形体を回転炉3で焼成還元した。いずれの成形体の還元処理でも、還元時間は15分間で、還元時の雰囲気温度は1320°Cであった。一方、比較例では、同一の成形体を用いて乾燥、焼成還元を行った。しかし、乾燥時の水分蒸発速度はV（限界蒸発速度）以上、また、熱供給速度をHin（限界熱供給速度）以上とした。その他の条件は実施例1～3と同一した。そ

の結果を〔表2〕に示す。

なお、粉発生率は、乾燥後の成形体を目開きが5mmの篩いで篩った時の5mm未満の成形体の質量の篩い前の全質量に対する比率（質量%）を示す。また、還元製品の塊歩留は、還元後の成形体を目開きが5mmの篩いで篩った時の5mm以上の成形体の質量の篩い前の全質量に対する比率（質量%）を示し、鉄金属化率は、還元成品中の金属鉄の質量の全鉄分質量に対する比率（質量%）を示す。

〔表1〕

	実施例1	実施例2	実施例3
成形装置	パン式造粒機	ブリケット成形機	押し出し成形機
成形体	球状	アーモンド状	円柱状
大きさ *) (mm)	15	18	17
気孔率	27%	33%	47%
水分 (質量%)	11.5%	14.6%	21.2%
乾燥の限界値			
V値 (g/kg・s)	1.5	1.8	3.9
Hin値 (kW/kg)	4.0	5.0	10.7
乾燥実績			
実績水分蒸発速度(g/kg・s)	0.77	1.3	2.7
実績熱供給速度(kW/kg)	2.1	3.7	7.5
乾燥状態の評価			
爆裂有無	なし	なし	なし
粉発生率 (質量%)	3.9%	2.6%	3.3%
還元品成績			
鉄金属化率 (質量%)	85%	88%	88%
塊製品歩留 (質量%)	92%	88%	86%

\*) 成形体体積の1/3乗

実施例1は、パン式造粒装置で製造した、比較的緻密で、気孔率が27%の成形体を用いた操業の結果である。この成形体の大きさと気孔率から計算されるVとHinは、1.5 g/kg・sと4.0kW/kgであった。一方、実際の水分蒸発速度と熱供給速度は、0.77 g/kg・sと2.1kW/kgであった。したがって、水分蒸発速度が限界値よりも低かったために、爆裂がなく、また、成形体表面からの粉発生は

3.9%と低位であった。この成形体を還元した結果では、鉄の金属化率が85%と高く、また、塊製品の歩留も92%と良好であった。

実施例2では、ブリケット成形装置で製造した、気孔率が33%の成形体を用いた。この成形体の大きさと気孔率から計算されるVとHinは、 $1.8 \text{ g} / \text{kg} \cdot \text{s}$ と $5.0 \text{ kW} / \text{kg}$ であった。一方、実際の水分蒸発速度と熱供給速度は、 $1.3 \text{ g} / \text{kg} \cdot \text{s}$ と $3.7 \text{ kW} / \text{kg}$ と低い値であり、爆裂がなく、また、成形体表面からの粉発生は2.6%と低位であった。この成形体を還元した結果では、鉄の金属化率が88%と高く、また、塊製品歩留も88%と良好であった。

実施例3では、押し出し成形装置で製造した、充填密度の低い、気孔率が47%の成形体を用いた。この成形体の大きさと気孔率から計算されるVとHinは、 $3.9 \text{ g} / \text{kg} \cdot \text{s}$ と $10.7 \text{ kW} / \text{kg}$ であった。一方、実際の水分蒸発速度と熱供給速度は、 $2.7 \text{ g} / \text{kg} \cdot \text{s}$ と $7.5 \text{ kW} / \text{kg}$ と低い値であったことから、爆裂がなく、また、成形体表面からの粉発生は3.3%と低位であった。この成形体を還元した結果では、鉄の金属化率が88%と高く、また、塊製品歩留も86%と良好であった。このように、本発明の範囲の乾燥条件を守れば、成形体の乾燥を良好に行え、また、適正な還元が行える。

〔表2〕

	比較例1	比較例2	比較例3
成形装置	パン式造粒機	プリケット成形機	押し出し成形機
成形体	球状	アーモンド状	円柱状
大きさ *) (mm)	15	18	17
気孔率 (%)	27%	33%	47%
水分 (質量%)	11.5%	14.6%	21.2%
乾燥の限界値			
V値 (g/kg・s)	1.5	1.8	3.9
Hin値 (kW/kg)	4.0	5.0	10.7
乾燥実績			
実績水分蒸発速度(g/kg・s)	2.5	2.2	5.5
実績熱供給速度(kW/kg)	5.8	5.9	13.9
乾燥状態の評価			
爆裂有無	あり	あり	なし
粉発生率 (質量%)	88%	76%	37%
還元品成績			
鉄金属化率 (質量%)	操業できず	操業できず	56%
塊製品歩留 (質量%)	—	—	53%

\*) 成形体体積の1/3乗

一方、比較例1～3では、実施例1～3と同一の成形体を本発明の条件を外れて乾燥して、これを還元した結果である。いずれも、成形体の水分蒸発速度と熱供給速度が限界値よりも大きいことから、成形体の乾燥が適正に行われなかった。比較例1と2では、成形体が爆裂を起こし、成形体の76～88%が粉となった。この結果、回転炉3での還元操業が正常に行われなかった。また、比較例3では

、気孔率の高い、押し出し成形装置で製造した成形体を乾燥し、還元した結果である。この成形体の乾燥でも、成形体の水分蒸発速度と熱供給速度がVとHinで示される限界値よりも大きかった。この結果、爆裂は生じなかつたが、成形体の37%が粉となつた。この成形体の塊と粉の混合物を回転炉3で、焼成還元した結果、粉の部分が雰囲気の炭酸ガスによる再酸化の影響を受けて、鉄金属化率が低く、また、塊製品歩留も低い結果となつた。

次に、図3または図4に示すように、成形体の乾燥を回転炉3の内部で行う方法で、操業を行つた例である実施例4～6の結果を表3に示す。実施例1～3の処理条件は以下のとおりである。原料の粉体は、実施例1～3と同一で、酸化鉄が63質量%で、炭素が15質量%であり、平均粒径が11マイクロメートルであった。粉体の成形は、やはり、パン式造粒装置、プリケット成形装置、および、押し出し成形装置の3種類により行つた。炉内での乾燥時の水分蒸発速度をV(限界蒸発速度)以下、熱供給速度をHin(限界熱供給速度)以下とした。また、乾燥を終えた成形体を引き続いて同一炉内で焼成還元した。還元時間は13分間で、還元時の雰囲気温度は1300°Cであった。

〔表 3 〕

	実施例 4	実施例 5	実施例 6
成形装置	パン式造粒機	ブリケット成形機	押し出し成形機
成形体	球状	アーモンド状	円柱状
大きさ *) (mm)	17	20	20
気孔率 (体積%)	27%	33%	47%
水分 (質量%)	11.5%	14.6%	21.2%
回転炉の乾燥帶			
乾燥帶構造	排ガス出口煙道で還元帶と乾燥帶を区分・天井水冷構造	排ガス出口煙道で還元帶と乾燥帶を区分・加熱バーナー設置	排ガス出口煙道で還元帶と乾燥帶を区分・加熱バーナー設置
乾燥帶滞在時間 (秒)	200	160	100
乾燥帶温度	250~450°C	450~750°C	700~950°C
乾燥の限界値			
V 値 (g/kg・s)	1.3	1.6	3.3
Hin 値 (kW/kg)	3.5	4.5	9.1
乾燥実績			
実績水分蒸発速度(g/kg・s)	0.67	1.1	2.6
実績熱供給速度(kW/kg)	1.8	3.1	7.5
乾燥状態の評価			
爆裂有無	なし	なし	なし
粉発生率 (質量%)	5.1%	5.9%	3.1%
還元品成績			
鉄金属化率 (質量%)	84%	81%	83%
塊製品歩留 (質量%)	94%	91%	95%

\*) 成形体体積の 1 / 3 乗

実施例4は、パン式造粒装置で製造した、比較的緻密な、気孔率が27%の球形の成形体を用いた操業の例である。この成形体は気孔率が低く、水の蒸発速度が大きくなると容易に爆裂するため、乾燥帯5の雰囲気温度を最低温度 250°Cから最高温度 450°Cに制御した。そのために、乾燥帯5に還元帯7で発生した高温の排ガスが流入しないように、排ガス出口煙道10を乾燥帯5と還元帯7の間に設置した。また、炉床6と雰囲気温度を下げるために、スクリュー排出装置8と成形体供給部の成形体フィーダー4との間の天井と乾燥帯5の天井の一部を水冷構造とした。この結果、成形体への熱供給速度をHin 以下の 1.8kW/kgとすることができ、水の蒸発速度をV以下の 0.67 g/kg・s とすることができた。還元処理も良好で、粉の発生率が 5.1%と低く、鉄金属化率と塊製品歩留が高かった。

実施例5は、ブリケット成形装置で製造した。気孔率が33%のアーモンド形の成形体を用いた操業の例である。この成形体が爆裂や粉化の問題が無いようにすることを目的に、成形体への熱供給速度をHin 以下とし、また、水分蒸発速度をV以下とした。このために、乾燥帯5に還元帯7で発生した高温の排ガスが流入しないように、排ガス出口煙道10を乾燥帯5と還元帯7の間に設置した。ただし、この成形体を使用した場合は、成形体から発生する水蒸気が比較的多いために、乾燥帯5の雰囲気温度が目標より下がりすぎる場合があるため、炉壁に設置してある加熱バーナー11で熱を補給して、雰囲気温度を最低温度 450°Cから最高温度 750°Cの範囲とした。この結果、水分蒸発速度が 1.1 g/kg・s とVよりも小さくなった。還元製品の鉄金属化率と塊歩留は良好であった。

実施例6は、押し出し成形装置で製造した、気孔率が47%の円柱形の成形体を用いた操業の例である。この成形体でも爆裂や粉化の問題が無いようにすることを目的に、成形体への熱供給速度をHin

以下として、また、水分蒸発速度をV以下とした。このために、実施例5と同じく、排ガス出口煙道10を乾燥帶5と還元帶7の間に設置した。実施例6の成形体は水分が多いため、水蒸気による乾燥帶5の雰囲気温度の低下が激しかった。そこで、炉壁に設置してある加熱バーナー11で熱を補給して、雰囲気温度を最低温度700°Cから最高温度950°Cの範囲とした。この結果、水分蒸発速度が3.3g/kg・sとVよりも小さくなつた。この操業でも、還元製品の鉄金属化率と塊製品歩留は良好であった。

次に、実施例7として、図5に示される還元装置を使用して、製鉄業の各工程で発生した酸化鉄と炭素を多く含むスラジを原料として、これを成形した後に、還元した。この操業で使用した原料は、平均粒径9ミクロンで、水分21%であった。押し出し式成形装置で製造した成形体の気孔率は44%で、代表径は15mmであった。実施例7では、乾燥帶5の温度は890~1020°Cに制御されており、乾燥帶5の長さは、炉床6の通過時間換算で150秒であった。この条件で乾燥した結果、成形体の爆裂や粉化の問題は起きなかつた。還元帶7の最高温度は1300°Cで、還元時間13分間であった。実施例7で得られた還元物は、製品塊歩留が91%と高く、また、ダストへの鉄分ロスも1.7%と低位であった。更に、鉄金属化率は88%と還元も良好であった。

### 産業上の利用可能性

本発明によれば、還元用回転炉床法において、水分を含有している粉体の成形体を適正に乾燥して、また、経済的に酸化金属の還元を行うことができる。また、水分を大量に含有する酸化金属と炭素を含むダストとスラジの処理には有効である。

## 請求の範囲

1. 酸化金属と炭素の粉体とを含み、かつ、気孔率のパーセンテージ値の0.2倍以上の質量パーセンテージ値の水分を含む成形体を乾燥するに際して、当該成形体が含有する水の蒸発速度を下記に示す値V以下とすることを特徴とする成形体の乾燥方法。

$$\text{但し、 } V = 300 P^2 / D$$

なお、V：水の限界蒸発速度（成形体ドライ質量1キログラム当たりの水の蒸発速度（g/kg・s））、D：成形体の体積の1/3乗の値（mm）、P：気孔率（-）である。

2. 酸化金属と炭素の粉体とを含み、かつ、気孔率のパーセンテージ値の0.2倍以上の質量パーセンテージ値の水分を含む成形体を乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を下記に示す値Hin以下とすることを特徴とする成形体の乾燥方法。

$$\text{但し、 } Hin = 820 P^2 / D$$

なお、Hin：限界熱供給速度（成形体ドライ質量1キログラム当たりの熱供給速度（kw/kg））、D：成形体の体積の1/3乗の値（mm）、P：気孔率（-）である。

3. 体積の1/3乗の値が5～21mmであり、かつ、気孔率が22～32%である成形体を、水分が4.4質量%以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体の水分蒸発速度を、成形体ドライ質量1キログラム当たり毎秒0.7グラム以下とすることを特徴とする請求の範囲第1項に記載の成形体の乾燥方法。

4. 体積の1/3乗の値が5～21mmであり、かつ、気孔率が22～32%である成形体を、水分が4.4質量%以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を成形体のドライ質量1キログラム当たり1.9キロワット以下とすることを特徴とする請求の範囲

第 2 項に記載の成形体の乾燥方法。

5. 体積の  $1/3$  乗の値が  $5 \sim 21\text{mm}$  であり、かつ、気孔率が 32% 超～40% である成形体を、水分が 6.4 質量 % 以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体の水分蒸発速度を、成形体のドライ質量 1 キログラム当たり毎秒 1.3 グラム以下とすることを特徴とする請求の範囲第 1 項に記載の成形体の乾燥方法。

6. 体積の  $1/3$  乗の値が  $5 \sim 21\text{mm}$  であり、かつ、気孔率が 32% 超～40% である成形体を、水分が 6.4 質量 % 以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を、成形体のドライ質量 1 キログラム当たり 3.5 キロワット以下とすることを特徴とする請求の範囲第 2 項に記載の成形体の乾燥方法。

7. 体積の  $1/3$  乗の値が  $5 \sim 21\text{mm}$  であり、かつ、気孔率が 40% 超～55% である成形体を、水分が 8 質量 % 以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体の水分蒸発速度を、成形体のドライ質量 1 キログラム当たり毎秒 2.3 グラム以下とすることを特徴とする請求の範囲第 1 項に記載の成形体の乾燥方法。

8. 体積の  $1/3$  乗の値が、 $5 \sim 21\text{mm}$  であり、かつ、気孔率が 40 % 超～55% である成形体を、水分が 8 質量 % 以上の状態から乾燥するに際して、当該成形体への熱供給速度を、成形体のドライ質量 1 キログラム当たり 6.2 キロワット以下とすることを特徴とする請求の範囲第 2 項に記載の成形体の乾燥方法。

9. 酸化金属と炭素を含む粉体に、金属の製造工程から発生する金属酸化物と炭素を単独もしくは混合して含有している粉体を用いることを特徴とする請求の範囲第 1 項～第 8 項に記載の成形体の乾燥方法。

10. 請求の範囲第 1 項～第 8 項のいずれか 1 項の方法で乾燥した成形体を、酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央

が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床式の炉の内部で、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

11. 請求の範囲第9項に記載の方法で乾燥した成形体を、酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央部が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床式の炉の内部で、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

12. 酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床式の炉の内部において請求の範囲第1項～第8項のいずれか1項に記載の方法で成形体を乾燥した後、当該成形体を、引き続き当該炉内において、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

13. 酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を回転移動する中央が欠けた円形の炉床の上面に載せ炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元する回転炉床式の炉の内部において請求の範囲第9項に記載の方法で成形体を乾燥した後、当該成形体を、引き続き当該炉内において、1100°C以上で焼成還元することを特徴とする酸化金属の還元方法。

14. 回転移動する中央が欠けた円形の炉床の上面に載せた酸化金属と炭素の粉体を含む成形体を炉内の上部空間のガス燃焼熱で焼成して還元し、還元済みの成形体を排出する回転炉床式の炉であって、原料である粉体の成形体を供給する部分から回転方向に30～130度の位置までが成形体の乾燥帯であることを特徴とする回転炉床式の金属還元炉。

15. 前記原料である成形体を供給する部分から回転方向に30～13

0度の位置に排ガス煙道が設置され、前記原料である成形体を供給する部分から排ガス煙道の位置までの間を、乾燥帯とすることを特徴とする請求の範囲第14項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

16. 前記原料である成形体を供給する部分から回転方向に30～130度の位置に、その下部に回転炉床との間に間隙を有する仕切り板を設置し、原料である成形体を供給する部分からこの仕切り板までの間を乾燥帯とすることを特徴とする請求の範囲第14項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

17. 前記還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備えたことを特徴とする請求の範囲第14項～第16項のいずれか1項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

18. 前記還元済み成形体を排出する部分から乾燥帯の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備えたことを特徴とする請求の範囲第14項～第16項のいずれか1項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

19. 前記乾燥帯の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする請求の範囲第14項～第16項のいずれか1項に記載の回転炉床式の酸化金属還元炉。

20. 前記還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備えると共に、還元済み成形体を排出する部分から乾燥帯の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備えたことを特徴とする請求の範囲第14項～第16項のいずれか1項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

21. 前記還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備えると共に、乾燥帯の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする請求の範囲第

14項～第16項のいずれか1項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

22. 前記還元済み成形体を排出する部分から乾燥帯の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備えると共に、乾燥帯の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする請求の範囲第14項～第16項のいずれか1項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

23. 前記還元炉の還元済み成形体を排出する部分から原料である成形体を供給する部分までの間に、炉床を冷却する機構を備えると共に、還元済み成形体を排出する部分から乾燥帯の間の炉内天井および側壁の一部に水冷手段を備え、さらに、前記乾燥帯の側壁に加熱バーナーを設けたことを特徴とする請求の範囲第14項～第16項のいずれか1項に記載の回転炉床式の金属還元炉。

Fig.1

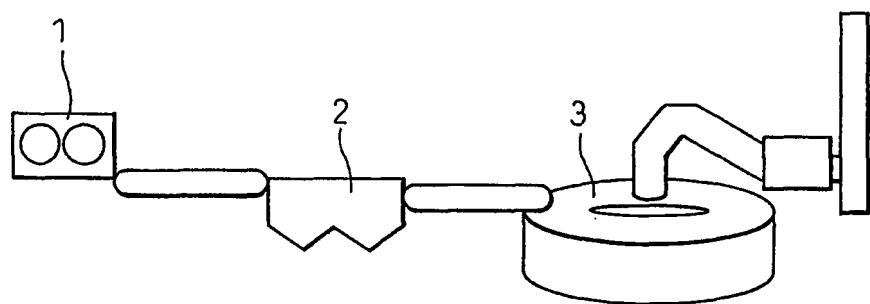


Fig.2

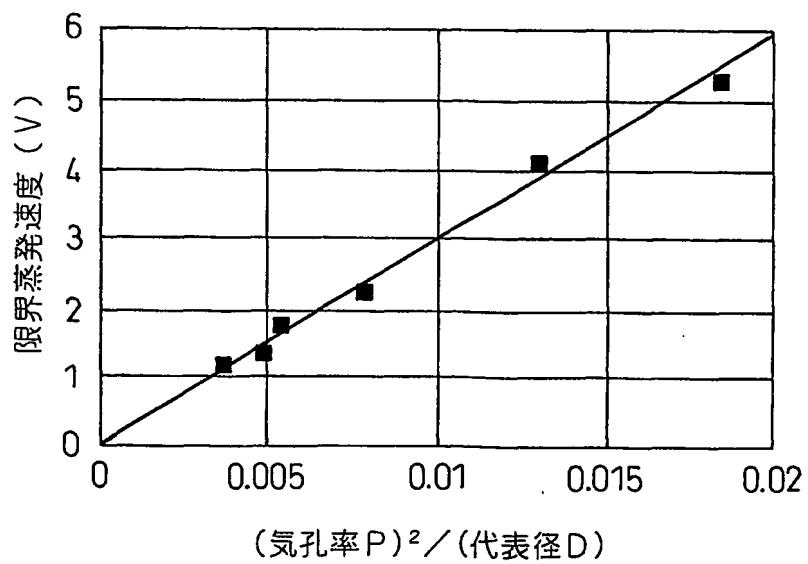


Fig.3

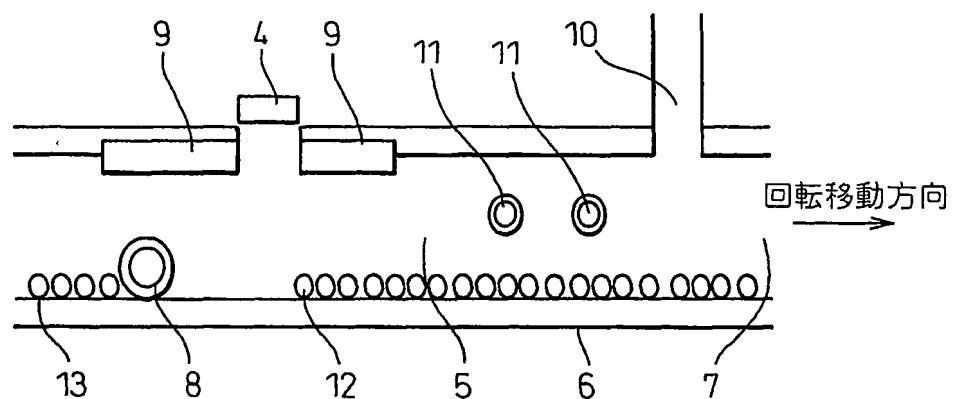


Fig.4

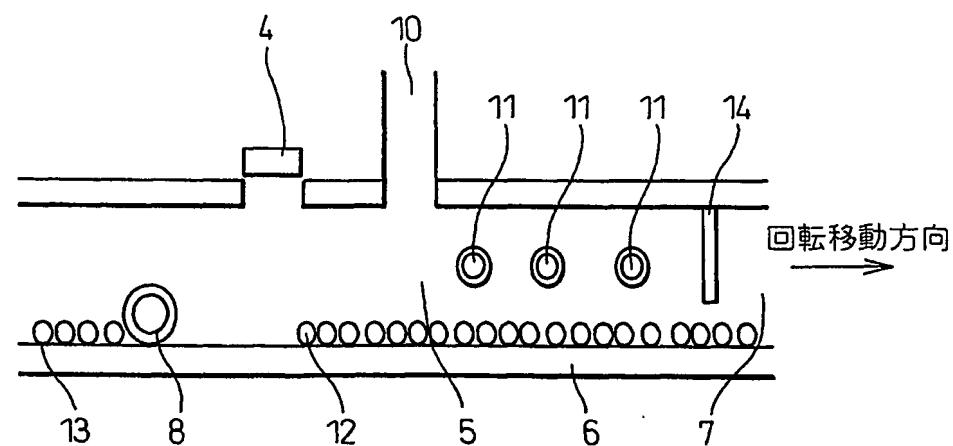
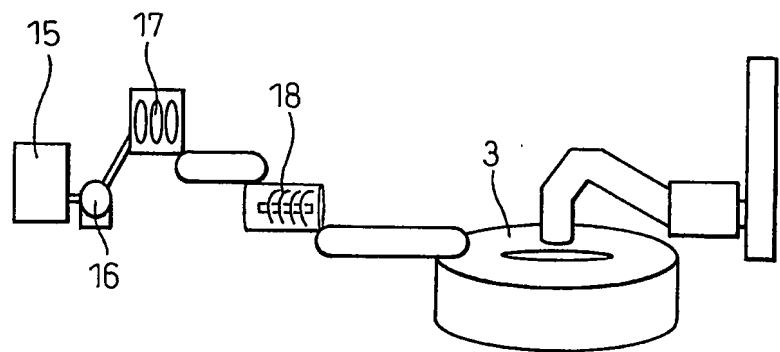


Fig.5



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/03273

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C21B13/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C21B13/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2002  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2002 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2002

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2001-32005 A (Nippon Steel Corp.), 06 February, 2001 (06.02.01), Par. No. [0015]. (Family: none)	1-23
Y	JP 2001-234220 A (Nippon Steel Corp.), 28 August, 2001 (28.08.01), Par. Nos. [0031] to [0032]. (Family: none)	1-23
Y	JP 11-12621 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 19 January, 1999 (19.01.99), (Family: none)	1-23

Further documents are listed in the continuation of Box C.  See patent family annex.

* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
---	--

Date of the actual completion of the international search 13 May, 2002 (13.05.02)	Date of mailing of the international search report 28 May, 2002 (28.05.02)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
--	--------------------

Facsimile No.	Telephone No.
---------------	---------------

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int C17 C21B13/10

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int C17 C21B13/10

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2002年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2002年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2002年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	次頁参照	

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」同一パテントファミリー文献

## 国際調査を完了した日

13.05.02

## 国際調査報告の発送日

28.05.02

## 国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

## 特許庁審査官 (権限のある職員)

山本 一正

4K 7454



電話番号 03-3581-1101 内線 6729

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2001-32005 A (新日本製鐵株式会社) 2001. 02. 06 (段落0015) (アミリーなし)	1-23
Y	JP 2001-234220 A (新日本製鐵株式会社) 2001. 08. 28 (段落0031-32) (アミリーなし)	1-23
Y	JP 11-12621 A (住友金属工業株式会社) 1999. 01. 19 (アミリーなし)	1-23